

50-летию основания физико-технического
факультета и кафедры ФХМА посвящается

КАФЕДРА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА УРАЛЬСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ТЕХНИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

В.Н.Музгин

Описана история образования и становления кафедры "Физико-химические методы анализа" физико-технического факультета УГТУ-УПИ, организация подготовки впервые в СССР инженеров-аналитиков. Рассмотрены научные направления кафедры ФХМА в области аналитической химии.

Кафедра в составе физико-технического факультета была организована в мае 1949 года. Ее первыми сотрудниками были: доценты, кандидаты химических наук: Ю. В. Карякин (зав. кафедрой) и В. Л. Золотавин, ассистенты Л. П. Жарова, В. В. Серговская и В. К. Кузнецова, старший лаборант А.К.Рыш, несколько позднее доцент, к.х.н. Т.А.Соболева. По воспоминаниям Юрия Викторовича Карякина работа по организации кафедры началась с декабря 1948 г., когда ректор УПИ А.С.Качко предложил ему возглавить новую кафедру. Институт выделил лабораторные помещения (закрытый блок на территории химико-технологического факультета) и вскоре начало прибывать новое оборудование – спектрографы ИСП-22, 51, стилоскопы, спектрофотометры, полярографы и другие приборы. Сотрудникам кафедры пришлось в срочном порядке монтировать, настраивать и осваивать новые приборы и методы анализа. К этой работе привлекались и известные специалисты. Так, в течение 2-х месяцев на кафедре работал ст.н.с., к.х.н. Армин Генрихович Стромберг, известный физико-химик, сотрудник УФАНа (позднее д.х.н., профессор А.Г.Стромберг возглавил кафедру аналитической

химии Томского политехнического института).

Осенью 1949 года преподаватели кафедры начали обучение первых студентов технологической специальности факультета дополнительным главам аналитической химии (по редким и радиоактивным элементам) и физико-химическим методам анализа (ФХМА). Первый курс лекций по ФХМА был прочитан Ю.В.Карякиным, причем кроме студентов его прослушали все преподаватели и лаборанты. В самом начале января 1950 года Ю. В. Карякин был откомандирован на производство, где он стал доктором технических наук и лауреатом Государственной премии, а позднее и профессором [1]. С 1950 по 1976 год кафедру возглавлял профессор, доктор химических наук В.Л.Золотавин – ученик крупного аналитика Н.А.Тананаева, а с 1976 г. – профессор, доктор химических наук В.Н.Музгин, член-корреспондент АЕН РФ.

В 50-е годы кафедра набирала силы: приобретались новые приборы, совершенствовалась методика преподавания. В связи с изменением организационной структуры факультета на кафедре увеличивался перечень преподаваемых дисциплин. В начале добавился курс "Техничес-

кий анализ", а затем курсы "Неорганическая и аналитическая химия" для студентов специальности "Металлургия редких металлов", "Общая химия" - для студентов всех физических специальностей.

Начиная с 1966 г. на кафедре организована специализация по подготовке инженеров-аналитиков для предприятий Минсредмаша. Были подготовлены новые курсы: "Атомный спектральный анализ", "Молекулярный спектральный анализ", "Электрохимические методы анализа", "Физические методы анализа", "Метрология". К чтению новых курсов привлекались известные специалисты: д.ф.-м.н. Гаврилов Ф.Ф., д.х.н. Шавевич А.Б., д.ф.-м.н. Уткин В.И. и некоторые другие. В 1968 г. состоялся первый выпуск специалистов по современным методам контроля материалов новой техники. Первые группы создавались из 10 – 15 студентов, обучающихся на всех специальностях физико-технического факультета, а с 1972 г. - только по специальности "Металлургия редких металлов". Таким образом, впервые в стране была начата подготовка специалистов инженеров-аналитиков, имеющих широкий технический кругозор [2]. Они стали ближе к производству, что позволило им успешно работать не только в аналитическом, но и в исследовательском секторе центральных заводских лабораторий предприятий, в отраслевых и академических институтах и вузах. С 1980 г. кафедра ведет курс "Методы контроля химического состава материалов" - для студентов специальности "Физические методы и приборы контроля качества", а с 1997 г. "Метрология" - для студентов металлургического факультета.

Активное участие наших студентов в научно-исследовательской работе отмечено многочисленными премиями, грамотами и дипломами, в том числе 2-мя медалями ВДНХ СССР и 2-мя медалями МВ и ССО СССР и ЦК ВЛКСМ "За лучшую студенческую научную работу". Всего выпущено 227 специалистов, из них 42 получили дипломы с отличием, 31 стали кандидатами наук. Выпускники 1969 г. Ю. Б. Атнашев, 1970 г. А.А. Пупышев и 1971 г. В.П. Жуков защитили докторские диссертации.

Наряду с учебным процессом преподаватели кафедры активно занимались научными исследованиями, к которым широко привлекались студенты. С момента организации кафедры физико-химических методов анализа научно-исследовательская работа преподавателей и сотрудников концентрировалась на исследовании аналитических свойств редких и радиоактивных элементов.

Так, изучением аналитической химии тория успешно занималась к.х.н., доцент Т.А. Соболева, аналитическая химия урана была предметом исследований старшего преподавателя В.В. Серговской, аналитической химией скандия занималась к.х.н., доцент С.П. Оносова.

Однако, ведущим научным направлением стала *аналитическая химия ванадия*, руководителем которого был заведующий кафедрой, к.х.н., доцент В.Л. Золотавин. Это было обусловлено тем, что еще в довоенные годы В.Л. Золотавин выполнил под руководством д.х.н., профессора Н.А. Тананаева диссертационную работу на тему "Исследование малорастворимых ванадатов", которую защитил 23 июня 1941 года. Под его руководством химией важнейшего для народного хозяйства металла - ванадия - занимались студенты, преподаватели, аспиранты. В 1957 году В.Л. Золотавин первым на физико-техническом факультете защищает докторскую диссертацию "Исследование в области аналитической химии ванадия". Это направление продолжало развиваться на кафедре и после смерти В.Л. Золотавина в апреле 1978 года к.х.н., доцентом И.Я. Безруковым. По этой тематике защищено 10 кандидатских и одна докторская диссертации (В.Л. Золотавин, 1957), опубликовано более 200 статей и докладов, издана монография "Аналитическая химия ванадия" (М., Наука, 1981 г.). Кроме того, был разработан способ извлечения ванадия из сточных вод Чусовского металлургического завода, где на основе его было построено отделение доосаждения ванадия. В содружестве с Уральским заводом химических реактивов под руководством И.Я. Безрукова была отработана технология производства 34 новых ванадиевых реактивов и налажен их выпуск в виде заказных реактивов.

В 1955 году ассистент Л.П. Жарова успешно защитила первую на кафедре ФХМА кандидатскую диссертацию по применению люминесцентных индикаторов. В 1959 – 1961 гг. появились первые аспиранты: Ю.И. Санников, И.Я. Безруков, Л.Б. Левашова (Хамзина), В.Н. Музгин.

В 1957 году факультет переехал в новый, только что построенный корпус, и в это же время на кафедре была создана первая на факультете проблемная лаборатория (п/я 329), которую возглавил В.Л. Золотавин. Научным руководителем направления по обезвреживанию сточных вод и захоронению радиоактивных отходов стал С. А. Вознесенский, профессор, д.х.н., заведующий кафедрой радиохимии, а синтезом фторуглеродных

соединений – академик Постовский И.Я., зав. кафедрой органической химии. К моменту закрытия лаборатории в 1967 г. ее сотрудниками Ю.В.Егоровым, В.М.Николаевым, С.И.Герасимовым, С.А.Мазаловым, В.С.Юминовым, Г.П.Татауровым, Н.Я.Ниренбург, Н.И.Губкиной и др. были защищены кандидатские диссертации, а немного позже В.В.Пушкарев, Ю.В.Егоров и С.В.Соколов стали докторами наук.

Оснащение кафедры современными приборами позволило развивать инструментальные методы аналитической химии. Так зародилось новое для кафедры направление – атомный спектральный анализ, начало которому положил аспирант В.Н.Музгин. Впоследствии оно стало ведущим на кафедре. По этой тематике защищено 33 кандидатских и 3 докторских диссертации (В.Н.Музгин, 1975; Ю.Б.Атнашев, 1992; А.А.Пупышев, 1995 г.). Создана широко известная в стране и за рубежом научная школа, развивающая фундаментальные и прикладные исследования в области атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектроскопии.

В 1964 году аспирант В.Н.Музгин защитил кандидатскую диссертацию на тему “Разработка и исследование спектральных методов анализа ванадия”. Тематика этой работы была предложена В.Л.Золотавиным и заведующим кафедрой экспериментальной физики Ф.Ф.Гавриловым, которые и были ее руководителями. И вскоре новое научное направление – *фундаментальные исследования спектральных методов анализа и их метрологическое обеспечение* – стало ведущим на кафедре. Так, уже в 1967 году аспирант Ю.Ф.Букреев защитил диссертацию по исследованию метода пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии, в 1970 году аспирант Л.А.Хрусталева – по исследованию эффектов матричного влияния в атомно-эмиссионной спектроскопии. Особенно интенсивно работы в этом направлении стали развиваться после организации в 1966 году по инициативе В.Н.Музгина специализации по подготовке инженеров-аналитиков и широкому привлечению студентов специализации к научно-исследовательской работе. В 1971 году бывший студент первого выпуска специализации (1968 г.) аспирант Д.Г.Лисиенко защитил диссертацию по исследованию и разработке аэрозольно-искровых методов анализа и впервые установил образование динамического слоя на поверхности электродов и предложил способы его целенаправленного регулирования. В 1973 году защитил диссертацию на соискание ученой степени кан-

дидата физико-математических наук Ю.Б.Атнашев (выпускник специализации 1969 г.). Темой его работы было исследование процессов в газовом разряде с полым катодом (горячем, холодном, импульсном). В работе был предложен и исследован источник возбуждения спектра с двумя независимыми катодами – испарителем и возбудителем (так называемый двойной полый катод). В этом же году получает диплом кандидата химических наук аспирант А.А.Пупышев (выпускник 1970 г.), исследовавший спектральные характеристики высокочастотного факельного разряда и его применение к определению основных компонентов в современных магнитных сплавах. В рамках основного направления кафедры сформировалось несколько научных групп, руководителями которых и стали Ю.Б.Атнашев, Д.Г.Лисиенко и А.А.Пупышев.

В 1973 году работы по исследованию электротермических способов атомизации были начаты на кафедре физико-химических методов анализа молодым к.ф.-м.н. Ю.Б.Атнашевым, что фактически явилось продолжением работ по исследованию характеристик двойного полого катода, проведенных в его кандидатской диссертации. К этому времени в аналитическую практику стала внедряться графитовая кювета Львова, которая показала рекордные пределы обнаружения элементов, а модернизированный Массманом вариант графитовой печи начал серийно выпускаться многими фирмами, производящими спектрофотометры.

В продолжение работы по исследованию характеристик двойного полого катода проводились поиски конструкции малоинерционного нагревателя-испарителя. Были опробованы различные конструкции: тонкий диск из графита, ленточные нагреватели из танталовой фольги. Варианты конструкций и используемых материалов определялись материально-техническими возможностями кафедры. Логическим завершением этой работы явилось то, что самыми малоинерционными нагревателями оказались проволоочные, а поскольку проволоки из тугоплавких материалов у нас не было, то использовали уже конструктивно готовые нагреватели – лампы накаливания. В эту пору на кафедре стали большим дефицитом малогабаритные лампы накаливания: они изымались из ЗИПов к различным приборам, а нередко и из самих приборов.

К этому же времени относятся и первые попытки изготовления спиральных атомизаторов для аналитических целей. Ввиду отсутствия вольф-

рамовой проволоки пытались использовать проволоку, полученную из бытовых осветительных ламп. Однако из-за хрупкости этой проволоки попытки оказались безуспешными.

В конце концов в тот период исследований остановились на спиральных от ламп накаливания, которые не очень подходили (малый диаметр и большая длина), но которых было очень много. Эти спирали были добыты студентом В.Б.Атнашевым на Уфимском электроламповом заводе и были использованы в качестве нагревателей в двойном полем катоде, а затем в качестве атомизаторов в атомной абсорбции.

Первым аспирантом, темой диссертационной работы которого являлся вольфрамовый спиральный атомизатор, был Ю.П.Ляшенко. Затем исследования продолжали аспиранты Е.П.Пилипенко, В.Е.Коребанов, В.Б.Атнашев. Этими работами руководили профессор В.Н.Музгин и Ю.Б.Атнашев, который с 1975 года работает на Уральском электромеханическом заводе (УЭМЗ) и в 1991 году по результатам исследований вольфрамового спирального атомизатора защитил докторскую диссертацию.

За 25 лет развития метода с вольфрамовым спиральным атомизатором существенные изменения претерпела приборная база метода. Если в начале исследований в качестве атомизаторов использовали спирали от ламп накаливания, а в качестве регистрирующего прибора - осциллограф с большим послесвечением, то в настоящее время серийно выпускаемые приборы оснащены специально изготовленными для них спиральными атомизаторами, а измерения абсорбции производятся с помощью цифровой электроники с последующей обработкой данных в ПЭВМ.

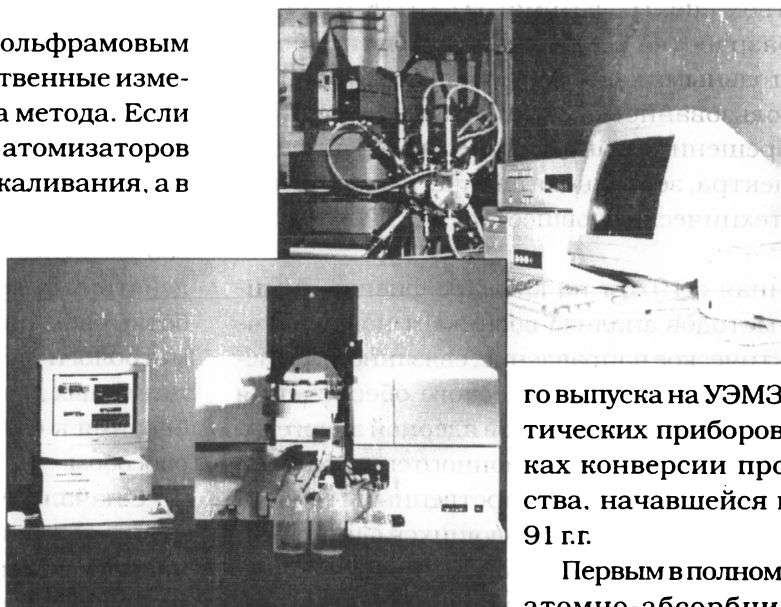
Первым прибором, которых было изготовлено более десятка штук, был спектрофотометр СПИРАЛЬ-5. Точнее говоря, это был не полностью спектрофотометр, а блок спирального атомизатора с системой его питания и регистрации аналитического сигнала. Этот блок в основном использовали для модернизации спектрофотометра типа С-302. В этом приборе были применены новые технические решения, которые обеспечивали автоматический отбор пробы, автоматическое определение окончания сушки, задание всех режимов нагрева атомизатора в цифровой форме. Значи-

тельный вклад в разработку прибора СПИРАЛЬ-5 внес В.Е.Коребанов, который по результатам этой работы защитил кандидатскую диссертацию.

Опыт эксплуатации и достаточно высокие метрологические характеристики СПИРАЛЬ-5 позволили приступить к созданию серийно выпускаемых спектрофотометров с вольфрамовым спиральным атомизатором.

Первым таким прибором был блок атомизатора СПИРАЛЬ-10, разработанный по заказу Казанского оптико-механического завода для комплектации спектрофотометра СА-10МП. Этот прибор имел автоматический пробоотборник на 15 проб, позволял измерять амплитуду и площадь абсорбционного импульса, имел дейтериевый корректор неселективного поглощения. Управление работой блока и обработка результатов измерений производились с помощью ПЭВМ.

Начиная с этой модели прибора разработка велась в конструкторском бюро, возглавляемом А.В.Ревенко и созданном для освоения серийно-



го выпуска на УЭМЗ аналитических приборов в рамках конверсии производства, начавшейся в 1990-91 гг.

Первым в полном объеме атомно-абсорбционным спектрофотометром с вольфрамовым спиральным атомизатором стал прибор СПИРАЛЬ-14. Этот прибор был создан на базе блоков СПИРАЛЬ-10 путем дополнения оптической системой с использованием монохроматора МУМ-01. Были проведены государственные испытания прибора, на основании чего он был внесен в Госреестр стандартных средств измерений. Прибор СПИРАЛЬ-14 выпускался с 1992 по 1997 год. 76 приборов этой модели нашли применение в лабораториях госсанэпиднадзора, водоканалов, электростанций, промышленных предприятий и

исследовательских институтов для определения содержания токсичных металлов в питьевой и сточных водах, пищевых продуктах.

С 1998 года УЭМЗ совместно с дочерним предприятием ООО "КБ АНАЛИТ" приступил к выпуску новой модели спектрофотометра СПИРАЛЬ-17. Этот прибор имеет улучшенные аналитические и эксплуатационные характеристики по сравнению с предшествующей моделью, выполнен в едином корпусе. В приборе СПИРАЛЬ-17 использованы спиральные атомизаторы из более толстой проволоки и имеющие большие геометрические размеры. Впервые в серийно выпускаемом приборе применен режим с автоматическим регулированием температуры атомизатора, благодаря чему, в частности, были существенно расширены аналитические возможности метода. Сочетание современной электронной части прибора с развитым программным обеспечением позволили достичь метрологических характеристик, не уступающих лучшим зарубежным приборам с графитовой печью [3].

В настоящее время наряду с серийным производством спектрофотометра СПИРАЛЬ-17 ведется разработка следующей модели прибора, отличительными характеристиками которой будут использование монохроматора с более высоким разрешением и автоматическим сканированием спектра, зеркальная оптическая система и другие технические новшества.

Начиная с 1975 г на кафедре физико-химических методов анализа возникает новое научно-практическое направление, связанное с решением проблем метрологического обеспечения контроля состава материалов ядерной энергетики методами атомно-эмиссионного спектрального анализа - создание Государственных стандартных образцов состава, являющихся единственным эталонным звеном в измерениях химического состава веществ и материалов Главным инициатором создания этого направления в отрасли был известный аналитик-спектроскопист Л.В.Липис, в то время возглавлявший аналитическую лабораторию ВНИИНМ. Практически с самого начала эту работу возглавил доцент, к.х.н. Д.Г.Лисиенко. Однако несмотря на все усилия, преодолеть бюрократические препоны и организовать при кафедре специализированную (отраслевую) лабораторию не удалось. Все поисковые и теоретические исследования осуществлялись в рамках госбюджетных тем, а практическое их воплощение - как хоздоговорные работы с заин-

тересованными предприятиями и организациями (ВНИИНМ, Чепецкий механический завод, Ульбинский металлургический завод, НИИГрафит, Новосибирский завод химконцентратов, Уральский электрохимический комбинат, Химкомбинат "Маяк" и др.). За прошедший период был выполнен большой цикл работ по обоснованию технологии введения аттестуемых примесей в дисперсные СО, отработаны режимы и созданы приспособления для высокоэффективного и практически "стерильного" измельчения и усреднения, предложены приемы и способы надежного установления степени неоднородности, определены условия обеспечения и оценивания долговременной стабильности образцов, разработаны алгоритмы их применения в системе контроля качества анализа. Активное участие в решении этих задач принимали сотрудники кафедры Домбровская М.А., Ляпилина М.Г., Пилипенко Е.П., Бакунин С.А., Сергиенко Н.Д., Курбатова И.Б., Маслова М.В., а также студенты Куксенко С., Антипов Е., Ульянова Н. и др. Итогом исследований явилось создание и выпуск в обращение комплектов Государственных стандартных образцов состава, обеспечивающих единство измерений наиболее важных материалов, применяемых в атомной промышленности (позиции 1-7, табл. 1). Значение этих ГСО оказалось столь существенно, что предприятия-пользователи выделили специальное финансирование для выполнения соответствующих испытаний и продления срока действия некоторых комплектов. Многие наработки кафедры использованы Государственными метрологическими органами при создании нормативных документов, регламентирующих требования к СО состава, аттестуемых расчетным способом.

С начала 90-х годов, когда в атомной промышленности произошел резкий спад и практически полностью закрылись источники финансирования работ по аналитической метрологии, группа СО кафедры по предложению Свердловского (Екатеринбургского) завода ОЦМ приступила к созданию Государственных стандартных образцов состава некоторых платиновых металлов, предназначенных для градуировки аппаратуры при выполнении стандартизованных и аттестации вновь разрабатываемых методик выполнения измерений с целью обеспечения единства измерений содержания в этих материалах микрокомпонентов. В результате цикла исследовательских и прикладных работ, посвященных изучению технологии приготовления металлокерамических

СО, применению лазерного микроспектрального анализа для исследований неоднородности материалов, аттестации методик определения компонентов в особочистых матричных материалах, в которых участвовали доцент, к.х.н. Домбровская М.А., инженеры Ульянова Н.В., Кубрина Е.Д., Слепухина Е.В., а также сотрудники завода, были выпущены в ранге Государственных комплекты стандартных образцов состава платины, иридия, осмия, палладия. Есть надежды, что совместные работы с АО ЕзОЦМ будут продолжены.

После организации при кафедре Российской арбитражной лаборатории группа СО выходит с инициативой создания новой серии Государствен-

ных стандартных образцов состава закиси-оксида урана с существенно расширенной номенклатурой аттестуемых элементов-примесей и предназначенных для метрологического обеспечения не только традиционных (спектральный анализ методом фракционной дистилляции), но и современных физических методов анализа (ICP-ES-MS). С этой целью нами были объединены финансовые усилия нескольких наиболее крупных предприятий Минатомпрома и при существенной поддержке Уральского электрохимического комбината такая работа к настоящему времени успешно завершена: в обращение выпущены комплекты ГСО СОУ ФД и СОУ Р, аттестованные в общем итоге по содержанию 36 элементов.

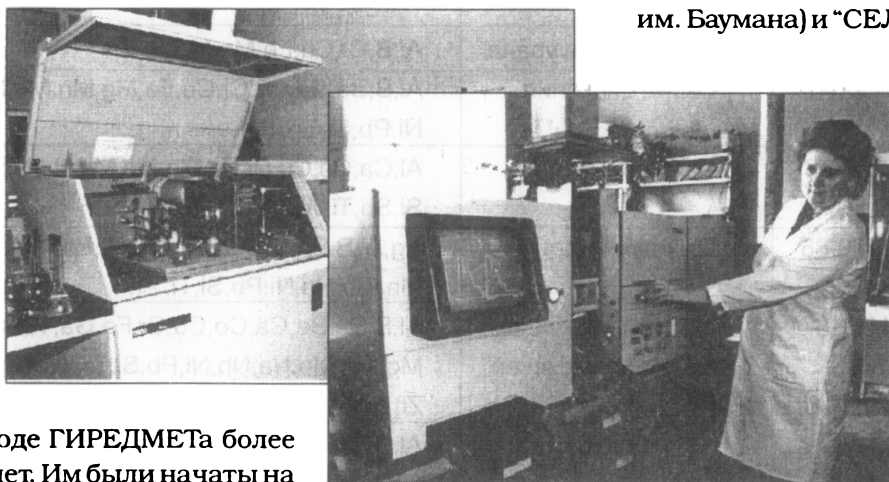
№	Индекс СО	Материал	Аттестованные элементы
1	2	3	4
1	СОУ-9-1-5, ГСО 1866-1870-80 *	Закись-окись урана	Al, B, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Si
2	СОЦ-17-1-5, ГСО 2376-2380-82 *	Оксид циркония	Al, B, Be, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Nb, Ni, Pb, Si, Sn, Ti
3	СОТ-17-1-6, ГСО 2798-2803-83	Оксид тантала	Al, Ca, Co, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Si, Sn, Ti, W, Zr
4	СОБ-21-1-7, ГСО 3364-3370-86	Оксид бериллия	Ag, Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Si, Ti, Zn
5	СОГ-28-1-6, ГСО 4166-4171-87 *	Графитовый коллектор микропримесей	Al, B, Ba, Be, Ca, Co, Cu, Cr, Fe, Ga, K, La, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Si, Ta, Th, Ti, V, W, Zn, Zr
6	СОГ-21-1-5, ГСО 4519-4523-89	Графит	Al, B, Ca, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Si, Ta, Ti, V, W, Zr
7	СОЛ-23-1-5, ГСО 6509-6513-92	Карбонат лития	Ag, Al, Ba, Bi, Ca, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Si, Ti, V, Zn
8	СОПл-21-1-5, ГСО 7003-93	Платина, металлокерамика	Ag, Al, Au, Ba, Bi, Ca, Cu, Fe, Ir, Mg, Mn, Ni, Os, Pb, Pd, Rh, Ru, Sb, Si, Sn, Zn
9	СОИ-22-1-6, ГСО 7292-96	Иридий	Ag, Al, Au, Ba, Bi, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Os, Pb, Pd, Pt, Rh, Ru, Sb, Si, Sn, Ti, Zn
10	СООс-19-1-5, ГСО 7349-96	Осмий	Ag, Al, Au, Ba, Ca, Cu, Ir, Fe, Mg, Mo, Na, Ni, Pd, Pt, Rh, Ru, Si, Ti, W
11	Пд-28, ГСО 7331-96	Палладий	Ag, Al, As, Au, B, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ir, Mg, Mn, Mo, Ni, Os, Pb, Pt, Rh, Ru, Sb, Si, Sn, Te, Ti, Zn
12	СОРт-1-4, ГСО 7183-95	Оксид кремния	Hg
13	СОГ-13-1-4, СОП УПИ	Графитовый коллектор микропримесей	Ag, Au, Ba, Bi, Ir, Os, Pd, Pt, Rh, Ru, Sb, Sn, Zn
14	СОПлДУ-18, СОП УГТУ-ЕзОЦМ	Платина, дисперсноупроченная	Ag, Al, Au, Cu, Fe, Ir, Mg, Ni, Pb, Pd, Rh, Ru, Sb, Sn, Y, Zn, Zr
15	СО АПК, СОП УГТУ-ЕзОЦМ	Оксид алюминия	Pd

16	СОГ-24, 7 образцов	Графитовый коллектор микропримесей	Ag, Al, As, B, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Hg, In, Mg, Mn, Mo, Ni, P, Pb, Sb, Se, Sn, Te, Ti
17	СОУ ФД, 6 образцов	Захись-окись урана	23 элемента
18	СОУ Р, 4 образца	Захись-окись урана	27 элементов

Знаком * обозначены комплекты, срок действия которых продлен до 2002 г.

Результаты работы изложены в 15 научно-технических отчетах, опубликовано более 30 статей и докладов. Работы по совершенствованию технологий изготовления, методик исследования материалов СО и их применения в целях метрологического обеспечения количественного химического анализа в различных отраслях народного хозяйства, выпуск новых СО продолжаются.

В 1984 году на кафедру вернулся бывший выпускник и аспирант кафедры, к.х.н. А.А.Пупышев, проработавший на Пышминском опытном



заводе ГИРЕДМЕТа более 11 лет. Им были начаты на кафедре ФХМА систематические исследования по применению равновесной термодинамики и термодинамического моделирования для описания термохимических процессов в реальных неравновесных источниках атомизации и возбуждения спектров. Эти исследования были инициированы работами по созданию малогабаритного импульсного вольфрамового спирального атомизатора. Особый интерес в то время вызывала возможность целенаправленного воздействия на процессы атомизации элементов восстановительными агентами, что позволяло неожиданно резко улучшать пределы обнаружения некоторых элементов (до двух порядков величины!) и существенно расширять круг определяемых элементов.

Термодинамические расчеты, выполненные в 1984-1985 гг. по экспериментальным данным аспиранта Атнашева В.Б., позволили выявить доминирующие термохимические реакции атоми-

зации элементов, понять механизмы атомизации, сделать некоторые прогнозные оценки и др. Вместе с тем стало понятным, что для достоверного описания сложных термохимических процессов в реальных источниках атомизации и возбуждения спектров для реальных объектов необходимо создавать полные термодинамические модели процессов, учитывающие как множество потенциально присутствующих в системе компонентов, так и неравновесность систем.

Для решения этих задач были приобретены и освоены программные комплексы "АСТРА" (МВТУ им. Баумана) и "СЕЛЕКТОР" (Ин-т геологии и геохимии СО АН СССР), налажены систематические контакты с коллегами из Екатеринбурга, Москвы и Иркутска, занимающихся применением термодинамического моделирования к задачам других направлений (геология, металлургия, искусство, ракетная техника и т.д.). Большая серия предварительных расчетов, выполненная дипломниками Бога-

тыревой Т.А. и Астаховой И.В., позволила создать первую модель термохимических процессов, протекающих на поверхности вольфрамового спирального атомизатора. Модель детально и удовлетворительно описывала атомизацию 27 элементов в трех совершенно различных режимах атомизации, позволяла делать первые прогнозные оценки. Использование данной модели позволило подробно изучить термохимические процессы, протекающие на поверхности металлических атомизаторов, подтвердив данные термического, рентгеноструктурного и электронно-зондового анализов. Накопленный опыт термодинамического моделирования был использован при разработке Пакета методических рекомендаций, предназначенного для комплектации спектрофотометров с вольфрамовым спиральным атомизатором.

До последнего времени оставалось множество

вопросов по термодинамическому поведению элементов в разнообразных пламенах, широко используемых в атомной спектроскопии. Применение термодинамического моделирования к решению этих вопросов привлекало тем, что пламена близки к состоянию локального термодинамического равновесия, поступление пробы идет непрерывно и это позволяет перейти непосредственно к аналитическому сигналу элементов в расчетах. Но для этого требовалось множество справочных данных по свойствам атомов и спектральных линий. Стажировка Пупышева А.А. в институте теоретической физики и астрономии АН ЛитССР (г. Вильнюс, 1988 г.) позволила набрать эти данные и установить хорошие контакты с литовскими коллегами, которые продолжаются до сих пор.

Создание термодинамической модели термодинамических процессов позволило подробно изучить механизмы атомизации свыше 60 элементов в пламенах ацетилен - воздух, ацетилен - оксид азота (I), ацетилен - оксид азота (II), ацетилен - пропан (бутан) - оксид азота (I), метилацетилен - воздух, метилацетилен - оксид азота (I) и др. Основная доля расчетов была выполнена инженером Васильевой Н.Л., дипломниками Костенко Т.К., Мельниковой Е.К., Обогреловой С.А., Караваевой И.Г. и Евдокимовой И.Г. (Нижегородский ГУ). Эти работы позволили впервые получить для аналитиков обширный справочный материал по атомизации большого круга элементов в данных пламенах, разрешить многие спорные вопросы. Накопленный опыт моделирования был применен к сложной неравновесной системе МЕСА (молекулярный эмиссионный анализ в полости), реализуемой с помощью низкотемпературных пламен. Использование приема выделения квазиравновесных подсистем позволило впервые создать термодинамические модели процессов для данного метода анализа, развивавшегося до тех пор только экспериментально. Основные расчеты были проведены дипломником Быльченко К.Ф.

Термодинамические процессы, протекающие в графитовых электротермических атомизаторах, очень широко и подробно изучались в последние годы экспериментально и теоретически, в том числе и методом термодинамического моделирования. Однако прямое применение равновесной термодинамики к такой неравновесной системе приводило к серьезным ошибкам, резко ограничивало возможности исследования и прогнозирования. Для корректного решения задачи Пупышевым А.А. и Музгиным В.Н. было предложено разбивать неравновесную систему реального

атомизатора на локальные квазиравновесные области (термодинамические подсистемы), соответствующие основным последовательным стадиям термического преобразования пробы, и количественно обосновать исходные соотношения компонентов в этих подсистемах. Это позволило изучить процессы пиролиза и атомизации свыше 50 элементов, получить их температурные зависимости эффективности атомизации (инж. Васильева Н.Л., диплом. Каленникова Н.В.), изучить процессы ионизации в графитовой печи. Разработанная модель оказалась пригодной для описания условий определения содержания кислорода в сверхпроводящих оксидах способом восстановительного плавления образца в графитовом тигле в токе инертного газа (диплом. Салимова И.Г., ИХТТ УрО РАН), для детального изучения явления взрывной атомизации элементов в графитовой печи (инж. Васильева Н.Л., диплом. Мамаева С.В.), исследования процессов образования молекул MeHal, пригодных для абсорбционного определения галогенидов (Hal). Термодинамическая модель процессов в графитовой печи стала основой при изучении механизма действия матричных модификаторов. Многочисленные расчеты по экспериментальным данным позволили установить, что основой механизма модификации является образование твердых растворов с матричным модификатором, и впервые выйти на прогнозирование температуры стадии пиролиза различных элементов в пробах различного состава (дипл. Патрушев А.Ю.).

Для описания сложной неравновесной термодинамической системы дугового разряда с испарением пробы из электрода Пупышеву А.А. и Васильевой Н.Л. удалось разбить систему на локальные квазиравновесные подсистемы и, переработав большой объем экспериментального материала по измерению концентрации атомов и электронов в данном спектральном источнике, создать впервые единую модель процессов в дуговом разряде, позволяющую, исходя из исходного состава пробы и возможных условий ее возбуждения, прогнозировать оптимальные условия анализа и изменение пределов обнаружения. Работы с использованием данной модели сейчас продолжаются в совместной работе с институтом теоретической физики и астрономии Литвы.

Высокочастотные разряды, успешно применяемые в атомной спектроскопии, давно привлекали внимание сотрудников кафедры. В 1973 г. аспирантом кафедры ФХМА Пупышевым А.А. была защищена кандидатская диссертация по иссле-

дованию характеристик высокочастотного факельного разряда. Применение термодинамического моделирования к этим экспериментальным данным позволило описать явление резкого увеличения концентрационной чувствительности аналитических линий, наблюдаемого и используемого ранее экспериментально, но не нашедшего в свое время теоретического объяснения. Это дало надежды на применение метода термодинамического моделирования к другим высокочастотным разрядам.



Кафедра ФХМА, май 1999

В связи с бурным развитием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой появилась настоятельная потребность в исследовании термохимических процессов в данном спектральном источнике. В дипломной работе Луцак А.К. была создана успешно работающая модель для аргоновой плазмы. Модель позволяет достоверно и количественно прогнозировать концентрации электронов, атомов, ионов и молекул в плазме разряда при вариации операционных условий анализа и состава проб. Используя эти данные впервые удалось количественно описать воздействие матричных элементов при транспортировке ионов в масс-анализатор, оценить полную степень матричных влияний. Это позволяет подбирать условия их снижения. С использованием данной модели в настоя-

щее время идет исследование термохимических процессов в условиях холодной индуктивно-связанной плазмы и для гелиевой плазмы.

По тематике работ этой группы опубликовано свыше 90 работ (в том числе 30 работ со студентами); защищена докторская диссертация (Пупышев А.А., 1995 г.) и кандидатская диссертация (Васильева Н.Л.). над диссертациями работает 3 соискателя (Луцак А.К., Беляев С., Каленникова Н.В.). Издано методическое пособие "Термодинамическое моделирование термохимических

процессов", введен раздел термодинамического моделирования в курс "Физические методы анализа", систематически выполняются курсовые работы по УИРС и дипломирование по данному направлению.

Метод термодинамического моделирования в приложении к задачам атомной спектроскопии позволил получить новые знания о термохимических процессах в источниках атомизации и возбуждения спектров, а также смежных дисциплинах. Работы по этому направлению получили междуна-

родное признание и были доложены на Европейской зимней конференции по спектроскопии плазмы (10-15 января 1999 г., приглашенный пленарный доклад) во Франции.

В общем по научному направлению кафедры защищено 3 докторские диссертации (1975 г. - В.Н.Музгиным, 1991 г. - Ю.Б.Атнашевым, 1995 г. - А.А.Пупышевым), 33 кандидатских диссертаций (всего на кафедре защищено 48 кандидатских диссертаций), опубликовано более 500 работ, получено 32 авторских свидетельства и патента. Две дипломных работы наших студентов, Е.П.Пилипенко (1974 г.) и В.М.Паньшина (1977 г.), были удостоены медалей МВ и ССО СССР и ЦК ВЛКСМ "За лучшую студенческую научную работу".

В 1993 г. по предложению предприятий Мина-

тома на базе лабораторий кафедры и в коопераций с кафедрами радиохимии и молекулярной физики создана Российская арбитражная лаборатория испытания материалов ядерной энергетики, аккредитованная Госстандартом РФ в качестве независимого испытательного аналитического центра. Лаборатория входит в состав Центра сертификации Уральского государственного технического университета и в рамках своей компетенции проводит сертификационные испытания для целей таможенного контроля. С 1997 г. сотрудники кафедры принимают активное и самое непосредственное участие в издании регионального журнала "Аналитика и контроль", в котором публикуются материалы по новым методам и приборам аналитической химии, метрологии, стандартизации и экологическим проблемам.

В настоящее время кафедра "Физико-химические методы анализа" представляет мощный учебный и научный аналитический центр. Преподаватели и сотрудники кафедры ведут не только подготовку студентов физико-технического факультета по общехимическим и аналитическим дисциплинам, но и проводят переподготовку работников аналитических лабораторий предприятий и активно занимаются научно-исследовательской работой и работой по аттестации и сертификации материалов, а также проводит ар-

битражный анализ. Большой вклад в эту работу вносят наши преподаватели: профессор, д.х.н. А.А.Пупышев, доценты, к.х.н. Д.Г.Лисиенко, А.Н.Губанова, М.А.Домбровская, С.Ю.Пальчикова, В.К.Слепухин, Л.Б.Хамзина, ассистент Н.Л.Васильева, а также инженеры: Э.А.Петрова, О.Г.Хохлов, Н.В.Ульянова, Н.В.Каленникова, Е.Г.Кубрина, Т.И.Никонова, И.Х.Березина, И.Л.Костромин, С.В.Волкова, Н.В.Бешенцева, А.Н.Романовский, Ю.В.Зарянская, Н.Н.Емельянова, С.А.Обогрелова, ст. техник В.Н.Шмидт и другие, а также и студенты нашей специализации.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Калинин И.И. Юрий Викторович Карякин // Ж. Аналитика и контроль. 1997. №2. С.57-58.
2. Музгин В.Н. Опыт подготовки инженеров-аналитиков в Уральском политехническом институте им. С.М.Кирова. // ЖАХ. 1990. Т.45. Вып.12. С.2352-2356.
3. Атнашев Ю.Б., Ревенко А.В., Красноперов В.С. и др. Сравнительные аналитические характеристики атомно-абсорбционных спектрофотометров "Спираль-14" и "Спираль-17". // Ж. Аналитика и контроль. 1997. №2. С.48 – 51.
4. Лисиенко Д.Г., Домбровская М.А., Кубрина Е.Д. и др. Синтез и аттестация государственных стандартных образцов платиновой группы. // Ж. Аналитика и контроль. 1998. №1. С.48 – 52.

* * * * *